

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
31. Mai 2001 (31.05.2001)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 01/38440 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: **C08L 91/00**,
C11C 5/00, A61K 7/46, A01N 25/18, C08J 3/22

51503 Rösrath (DE). **ILLGER, Paul** [DE/DE]; Im Glacis
18, 66740 Saarlouis (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP00/11097

(74) **Anwalt: MANN, Volker**; Bayer Aktiengesellschaft,
51368 Leverkusen (DE).

(22) Internationales Anmeldedatum:
10. November 2000 (10.11.2000)

(81) **Bestimmungsstaaten (national):** AE, AG, AL, AM, AT,
AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CR, CU,
CZ, DE, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM,
HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK,
LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX,
MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL,
TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
199 56 226.1 23. November 1999 (23.11.1999) DE

(84) **Bestimmungsstaaten (regional):** ARIPO-Patent (GH,
GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW),
eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ,
TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK,
ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR),
OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML,
MR, NE, SN, TD, TG).

(71) **Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme
von US): HAARMANN & REIMER GMBH** [DE/DE];
37601 Holzminden (DE).

(72) **Erfinder; und**

(75) **Erfinder/Anmelder (nur für US): HINDERER, Jür-
gen** [DE/DE]; Am Benthall 54, 51381 Leverkusen (DE).
KLINKSIEK, Bernd [DE/DE]; Obervollbach 10, 51429
Bergisch Gladbach (DE). **MANSFELD, Gerd** [DE/DE];
Am Bue 1, 37632 Eschershausen (DE). **SCHNELLE,
Axel** [DE/DE]; Johannismarkt 2, 37603 Holzminden (DE).
ILLGER, Hans-Walter [DE/DE]; Im Hasenfeld 13,

Veröffentlicht:

— Mit internationalem Recherchenbericht.

*Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes, und der anderen
Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on
Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe
der PCT-Gazette verwiesen.*

(54) **Title: WAX FORMULATIONS CONTAINING ODORIFEROUS SUBSTANCES**

(54) **Bezeichnung: RIECHSTOFFHALTIGE WACHSFORMULIERUNGEN**

(57) **Abstract:** The invention relates to a wax formulation which contains odoriferous substances, wax particles having a diameter ranging from 1 to 500 µm, an odoriferous substance content ranging from 1 to 80 wt. %, and an emulsifier content ranging from 0.1 to 10 wt. %. The inventive formulations can be used for producing candles. The candles can be produced using an extrusion or pressing method.

(57) **Zusammenfassung:** Riechstoffhaltige Wachsformulierung, enthaltend Wachspartikel mit einem Durchmesser von 1 bis 500 µm, einen Riechstoffanteil von 1 bis 80 Gew.-% und einen Emulgatorgehalt von 0,1 bis 10 Gew.-%. Sie können zur Herstellung von Kerzen verwendet werden. Die Herstellung der Kerzen kann über ein Extrusions- oder Preßverfahren erfolgen.

WO 01/38440 A1

Riechstoffhaltige Wachsformulierungen

Die vorliegende Erfindung betrifft die Herstellung riechstoffhaltiger Wachs-
5 formulierungen, in denen der Riechstoff in hoher Konzentration dispergiert ist und
die als frei fließende Partikel vorliegen.

Feste, rieselfähige, riechstoffhaltige Wachse führen insbesondere bei der Herstellung
von Duftkerzen zu Herstellungs- und Produktvorteilen. So wird beispielsweise ein
10 bedeutender Anteil der Kerzen nach dem Pulverpreßverfahren oder auch dem
Extrudierverfahren hergestellt. Hierbei wird die Wachsmischung, welche in Pulver-,
Span- oder Granulat-Form vorliegt, in einer Strangpresse mit einem Docht zu einem
endlosen Strang gepreßt und auf Länge geschnitten, oder die Wachsmischung wird in
Stempelpressen um den mit Rohrnadeln eingeführten Docht preßgeformt. Riechstoffe
15 können dabei im allgemeinen nur mittels einer Tauchung, die sich der Pressung an-
schließt, eingebracht werden. Die Tauchmasse besteht im wesentlichen wiederum aus
einer Wachskomponente, da die Löslichkeit von Riechstoffen in Wachsen in der
Regel nur sehr gering ist, liegt die Konzentration der Riechstoffe nur bei ca. 2 bis 3
Volumenprozent. Aufgrund der starken Temperaturabhängigkeit der Löslichkeit von
20 Riechstoffen in Wachsen kann zudem beim Abkühlen bzw. Auskristallisieren des
flüssigen Wachses der Riechstoff verdrängt werden, so daß sich der Riechstoff über-
wiegend an der Oberfläche befindet.

Auch für andere Kerzenherstellverfahren wie z. B. Kerzenzieh- oder Kerzengießver-
25 fahren ergeben sich Verfahrensvorteile, wenn man den Riechstoff in geeigneten
Wachsen fixiert. Diese Kerzenherstellverfahren sind in der Regel durch wirtschaft-
lich bedeutende Verluste an Riechstoffen, insbesondere der leichtflüchtigen
Komponenten, infolge der Emission an die Umgebung gekennzeichnet. Die er-
findungsgemäßen Wachsteilchen können mit einem Wachs hergestellt werden,
30 welches einen höheren Schmelzpunkt besitzt als die im Kerzenziehverfahren vor-
liegende Wachsschmelze. Mittels der erfindungsgemäßen Wachsteilchen ist es daher

nicht nur möglich, die Riechstoffe mit erheblich geringeren Verlusten in die Wachs-
schmelze einzubringen, sondern auch homogen in der Wachsschmelze und damit im
Kerzenstrang zu verteilen.

5 Das alleinige Aufsprühen der in der Regel öligen Riechstoffe auf feste Wachsteilchen
ist nicht zweckmäßig. Ölige Riechstoffe können in Verbindung mit Wachsen als
Trennmittel wirken und beispielsweise die weitere Verarbeitung in Preßverfahren,
wie sie im Falle von Seifen, Kerzen etc. eingesetzt werden, hinsichtlich der Festigkeit
eines Formkörpers erschweren bzw. an seiner Oberfläche zu unerwünschter hoher
10 Klebrigkeit führen.

Aus der WO 97/48784 ist bekannt, Riechstoffe in einem einen Ester enthaltenden
Lösungsmittel zu lösen und die Lösung ihrerseits wiederum in Paraffin einzubringen
bzw. zu lösen. Der Riechstoffanteil einer auf dieser Art und Weise hergestellten
15 Lösung kann mehr als 10 Gew.-% und bis zu 80 Gew.-% betragen. Flüssige oder
ölige Riechstoff-Substanzen lassen sich in einfacher Weise dadurch verfestigen, daß
sie in einen organischen Ester eingebracht werden. Die Herstellung von Gegen-
ständen auf Paraffinbasis, insbesondere Kerzen, beruht auf der Mischung des zuvor
beschriebenen Riechstoffkonzentrates mit Paraffin mit einem Erstarrungspunkt von
20 unter 55°C. Der Riechstoffanteil wird mit einer bevorzugten Obergrenze von
35 Gew.-% angegeben.

In WO95/28912 wird ein Herstellungsweg für verkapselte Sonnenschutzmittel be-
schrieben. In einem ersten Schritt wird das Matrixmaterial geschmolzen. Danach
25 wird eine UV-Licht absorbierende Komponente eingemischt. Die Schmelze wird in
einem wäßrigen Medium, welches eine oberflächenaktive Substanz enthält,
emulgiert. Die Größe der Emulsionstropfen liegt im Bereich zwischen 0,01 bis
100 µm. Schließlich wird die Emulsion auf Raumtemperatur abgekühlt. Die ent-
stehenden Partikel liegen ebenfalls im Größenbereich zwischen 0,01 bis 100 µm.

Nach wie vor besteht das Bedürfnis, die Herstellung der Kerzenrohstoffen zu vereinfachen, eine homogene Verteilung des Riechstoffes in der Kerze zu erzielen, das Abbrennverhalten dabei nicht nachteilig zu beeinflussen und schließlich die Verluste der in der Regel leichtflüchtige Substanzen enthaltenden Riechstoffe gering zu halten.

5 Des weiteren lassen sich Kerzen mit ausreichender Festigkeit und vernachlässigbarer Oberflächenklebrigkeit nach dem Pulverpreß- bzw. Extrudierverfahren herstellen, die eine homogene Verteilung des Riechstoffes aufweisen. Das riechstoffhaltige Wachspulver läßt sich nicht nur mit dem Kerzenwachs mischen, sondern auch mit Additiven wie z. B. Farbstoffen. Das Abbrennverhalten soll nicht nachteilig beeinflusst werden.

10

Es wurden riechstoffhaltige Wachsformulierungen, die Wachspartikel mit einem Durchmesser von 1 bis 500 μm , einen Riechstoffanteil von 1 bis 80 Gew.-% und einen Emulgatorgehalt von 0,1 bis 10 Gew.-% enthalten, gefunden.

15

Die erfindungsgemäßen Wachsformulierungen fixieren den Riechstoff, so dass insbesondere beim Pulverpress- bzw. Extrudierverfahren das Rohstoffhandling wesentlich erleichtert wird, die Verteilung des Riechstoffs in den Presslingen weitgehend homogen ist sowie ein geringerer Verlust/Emission an Riechstoff auftritt. Die Festigkeit des Presslings ist ausreichend hoch; der Riechstoff wirkt nicht als Trennmittel und sondert sich nicht an der Oberfläche ab.

20

Bevorzugt werden riechstoffhaltige Wachsformulierungen, die Wachspartikel mit einem Durchmesser von 10 bis 200 μm , einen Riechstoffanteil von 30 bis 60 Gew.-% und einen Emulgatorgehalt von 0,5 bis 2 Gew.-%, enthalten.

25

Als Wachse für die erfindungsgemäßen Wachsformulierungen seien natürliche, chemisch modifizierte sowie synthetische Wachse oder andere Brennmassen genannt. Natürliche Wachse können pflanzlichen (z.B. Carnaubawachs) oder tierischen (z.B. Bienenwachs) Ursprungs sein. Zu der Kategorie der natürlichen Wachse gehören auch Mineralwachse, wie z.B. Ceresin, und petrochemische Wachse, wie z.B.

30

Paraffinwachse (Kohlenwasserstoffgemische), Mikrowachse etc. Zu den chemisch modifizierten Wachsen zählen Hartwachse, wie z.B. Montanesterwachse. Zu synthetischen Wachsen werden beispielsweise Polyalkylwachse oder Polyethylenwachse gerechnet. Synthetische Wachse können aber auch durch Veresterung von

5 Fettsäuren pflanzlichen Ursprungs und Alkoholen hergestellt werden. Brennmassen können beispielsweise feste bzw. gehärtete Pflanzenfette oder Fette tierischen Ursprungs sein.

Bevorzugte Wachse für die erfindungsgemäßen Wachsformulierungen sind Stearine

10 und Paraffine.

Beispiele für Riechstoffe für die erfindungsgemäßen Wachsformulierungen finden sich z.B. in S. Arctander, Perfume and Flavor Materials, Vol. I und II, Montclair, N. J., 1969, Selbstverlag oder K. Bauer, D. Garbe und H. Surburg, Common Fragrance

15 and Flavor Materials, 3rd. Ed., Wiley-VCH, Weinheim 1997.

Im einzelnen seien genannt:

Extrakte aus natürlichen Rohstoffen wie Etherische Öle, Concretes, Absolues,

20 Resine, Resinoide, Balsame, Tinkturen wie z. B. Ambratinktur; Amyrisöl; Angelicasamenöl; Angelicawurzelöl; Anisöl; Baldrianöl; Basilikumöl; Baummoos -Absolue; Bayöl; Beifußöl; Benzoeresin; Bergamotteöl; Bienenwachs-Absolue; Birkenteeröl; Bittermandelöl; Bohnenkrautöl; Buccoblätteröl; Cabreuvaöl; Cadeöl; Calmusöl; Campheröl; Canangaöl; Cardamomenöl; Cascarillaöl; Cassiaöl; Cassie-Absolue;

25 Castoreum-absolue; Cedernblätteröl; Cedernholzöl; Cistusöl; Citronellöl; Citronenöl; Copaivabalsam; Copaivabalsamöl; Corianderöl; Costuswurzelöl; Cuminöl; Cypressenöl; Davanaöl; Dillkrautöl; Dillsamenöl; Eau de brouts-Absolue; Eichenmoos-Absolue; Elemiöl; Estragonöl; Eucalyptus-citriodora-Öl; Eucalyptusöl; Fenchelöl ; Fichtennadelöl; Galbanumöl; Galbanumresin; Geraniumöl; Grapefruitöl;

30 Guajakholzöl; Gurjunbalsam; Gurjunbalsamöl; Helichrysum-Absolue; Helichrysumöl; Ingweröl; Iriswurzel-Absolue; Iriswurzelöl; Jasmin-Absolue; Kalmusöl;

Kamillenöl blau; Kamillenöl römisch; Karottensamenöl; Kaskarillaöl; Kiefernadelöl; Krauseminzöl; Kümmelöl; Labdanumöl; Labdanum-Absolue; Labdanumresin; Lavandin-Absolue; Lavandinöl; Lavendel-Absolue; Lavendelöl; Lemongrasöl; Liebstocköl; Limetteöl destilliert; Limetteöl gepreßt; Linaloeöl; Litsea-cubeba-Öl; 5 Lorbeerblätteröl; Macisöl; Majoranöl; Mandarinenöl; Massoirindenöl; Mimosa-Absolue; Moschuskörneröl; Moschustinktur; Muskateller-Salbei-Öl; Muskatnußöl; Myrrhen-Absolue; Myrrhenöl; Myrtenöl; Nelkenblätteröl; Nelkenblütenöl; Neroliöl; Olibanum-Absolue; Olibanumöl; Opopanaxöl; Orangenblüten-Absolue; Orangenöl; Origanumöl; Palmarosaöl; Patchouliöl; Perillaöl; Perubalsamöl; Petersilienblätteröl; 10 Petersiliensamenöl; Petitgrainöl; Pfefferminzöl; Pfefferöl; Pimentöl; Pineöl; Poleyöl; Rosen-Absolue; Rosenholzöl; Rosenöl; Rosmarinöl; Salbeiöl dalmatinisch; Salbeiöl spanisch; Sandelholzöl; Selleriesamenöl; Spiklavendelöl; Sternanisöl; Styraxöl; Tagetesöl; Tannennadelöl; Tea-tree-Öl; Terpentinöl; Thymianöl; Tolubalsam; Tonka-Absolue; Tuberosen-Absolue; Vanilleextrakt; Veilchenblätter-Absolue; 15 Verbenaöl; Vetiveröl; Wacholderbeeröl; Weinhefenöl; Wermutöl; Wintergrünöl; Ylangöl; Ysopöl; Zibet-Absolue; Zimtblätteröl; Zimtrindenöl; sowie Fraktionen davon, bzw. daraus isolierten Inhaltsstoffen;

Einzel-Riechstoffe aus der Gruppe der Kohlenwasserstoffe, wie z.B. 3-Caren; α - 20 Pinen; β -Pinen; α -Terpinen; γ -Terpinen; p-Cymol; Bisabolen; Camphen; Caryophyllen; Cédren; Farnesen; Limonen; Longifolen; Myrcen; Ocimen; Valencen; (E,Z)-1,3,5-Undecatrien;

der aliphatischen Alkohole wie z. B. Hexanol; Octanol; 3-Octanol; 2,6-Dimethyl- 25 heptanol; 2-Methylheptanol, 2-Methyloctanol; (E)-2-Hexenol; (E)- und (Z)-3-Hexenol; 1-Octen-3-ol; Gemisch von 3,4,5,6,6-Pentamethyl-3/4-hepten-2-ol und 3,5,6,6-Tetramethyl-4-methyleneheptan-2-ol; (E,Z)-2,6-Nonadienol; 3,7-Dimethyl-7-methoxyoctan-2-ol; 9-Decenol; 10-Undecenol; 4-Methyl-3-decen-5-ol; der aliphatischen Aldehyde und deren 1,4-Dioxacycloalken-2-one wie z. B. Hexanal; Heptanal; Octanal; 30 Nonanal; Decanal; Undecanal; Dodecanal; Tridecanal; 2-Methyloctanal; 2-Methylnonanal; (E)-2-Hexenal; (Z)-4-Heptenal; 2,6-Dimethyl-5-heptenal;

10-Undecenal; (E)-4-Decenal; 2-Dodecenal; 2,6,10-Trimethyl-5,9-undecadienal; Heptanaldiethylacetal; 1,1-Dimethoxy-2,2,5-trimethyl-4-hexen; Citronellyloxyacetaldehyd;

5 der aliphatischen Ketone und deren Oxime wie z.B. 2-Heptanon; 2-Octanon; 3-Octanon; 2-Nonanon; 5-Methyl-3-heptanon ; 5-Methyl-3-heptanonoxim; 2,4,4,7-Tetramethyl-6-octen-3-on; der aliphatischen schwefelhaltigen Verbindungen wie z.B. 3-Methylthiohexanol; 3-Methylthiohexylacetat; 3-Mercaptohexanol; 3-Mercaptohexylacetat; 3-Mercaptohexylbutyrat; 3-Acetylthiohexylacetat; 1-Menthen-8-thiol;

10

der aliphatischen Nitrile wie z.B. 2-Nonensäurenitril; 2-Tridecensäurenitril; 2,12-Tridecensäurenitril; 3,7-Dimethyl-2,6-octadiensäurenitril; 3,7-Dimethyl-6-octensäurenitril;

15 der aliphatischen Carbonsäuren und deren Ester wie z.B. (E)- und (Z)-3-Hexenylformiat; Ethylacetoacetat; Isoamylacetat; Hexylacetat; 3,5,5-Trimethylhexylacetat; 3-Methyl-2-butenylacetat; (E)-2-Hexenylacetat; (E)- und (Z)-3-Hexenylacetat; Octylacetat; 3-Octylacetat; 1-Octen-3-ylacetat; Ethylbutyrat; Butylbutyrat; Isoamylbutyrat; Hexylbutyrat; (E)- und (Z)-3-Hexenylisobutyrate; Hexylcrotonat; Ethylisovalerianat; 20 Ethyl-2-methylpentanoat; Ethylhexanoat; Allylhexanoat; Ethylheptanoat; Allylheptanoat; Ethyloctanoat; Ethyl-(E,Z)-2,4-decadienoat; Methyl-2-octinat; Methyl-2-noninat; Allyl-2-isoamylloxyacetat; Methyl-3,7-dimethyl-2,6-octadienoat;

25

der acyclischen Terpenalkohole wie z.B. Citronellol; Geraniol; Nerol; Linalool; Lavadulol; Nerolidol; Farnesol; Tetrahydrolinalool; Tetrahydrogeraniol; 2,6-Dimethyl-7-octen-2-ol; 2,6-Dimethyloctan-2-ol; 2-Methyl-6-methylen-7-octen-2-ol; 2,6-Dimethyl-5,7-octadien-2-ol; 2,6-Dimethyl-3,5-octadien-2-ol; 3,7-Dimethyl-4,6-octadien-3-ol; 3,7-Dimethyl-1,5,7-octatrien-3-ol 2,6-Dimethyl-2,5,7-octatrien-1-ol; sowie deren Formiate, Acetate, Propionate, Isobutyrate, Butyrate, Isovalerianate, 30 Pentanoate, Hexanoate, Crotonate, Tiglinate, 3-Methyl-2-butenate;

der acyclischen Terpenaldehyde und -ketone wie z.B. Geranial; Neral; Citronellal; 7-Hydroxy-3,7-dimethyloctanal; 7-Methoxy-3,7-dimethyloctanal; 2,6,10-Trimethyl-9-undecenal; Geranylacetone; sowie die Dimethyl- und Diethylacetale von Geranial, Neral, 7-Hydroxy-3,7-dimethyloctanal;

5

der cyclischen Terpenalkohole wie z.B. Menthol; Isopulegol; alpha-Terpineol; Terpinenol-4; Menthan-8-ol; Menthan-1-ol; Menthan-7-ol; Borneol; Isoborneol; Linalooloxid; Nopol; Cedrol; Ambrinol; Vetiverol; Guajol; sowie deren Formiate, Acetate, Propionate, Isobutyrate, Butyrate, Isovalerianate, Pentanoate, Hexanoate, Crotonate, Tigllinate, 3-Methyl-2-butenolate;

10

der cyclischen Terpenaldehyde und -ketone wie z.B. Menthon; Isomenthon; 8-Mercaptomenthan-3-on; Carvon; Campher; Fenchon; alpha-Ionon; beta-Ionon; alpha-n-Methylionon; beta-n-Methylionon; alpha-Isomethylionon; beta-Isomethylionon; alpha-Iron; alpha-Damascon; beta-Damascon; beta-Damascenon; delta-Damascon; gamma-Damascon; 1-(2,4,4-Trimethyl-2-cyclohexen-1-yl)-2-buten-1-on; 1,3,4,6,7,8a-Hexahydro-1,1,5,5-tetramethyl-2H-2,4a-methanonaphthalen-8(5H)-on; Nootkaton; Dihydronootkaton; alpha-Sinensal; beta-Sinensal; Acetyliertes Cedernholzöl (Methylcedrylketon);

15

20

der cyclischen Alkohole wie z.B. 4-tert.-Butylcyclohexanol ; 3,3,5-Trimethylcyclohexanol; 3-Isocamphylcyclohexanol; 2,6,9-Trimethyl-Z2,Z5,E9-cyclododecatrien-1-ol; 2-Isobutyl-4-methyltetrahydro-2H-pyran-4-ol;

25

der cycloaliphatischen Alkohole wie z.B. alpha,3,3-Trimethylcyclohexylmethanol; 2-Methyl-4-(2,2,3-trimethyl-3-cyclopent-1-yl)butanol; 2-Methyl-4-(2,2,3-trimethyl-3-cyclopent-1-yl)-2-buten-1-ol; 2-Ethyl-4-(2,2,3-trimethyl-3-cyclopent-1-yl)-2-buten-1-ol; 3-Methyl-5-(2,2,3-trimethyl-3-cyclopent-1-yl)-pentan-2-ol; 3-Methyl-5-(2,2,3-trimethyl-3-cyclopent-1-yl)-4-penten-2-ol; 3,3-Dimethyl-5-(2,2,3-trimethyl-3-cyclopent-1-yl)-4-penten-2-ol; 1-(2,2,6-Trimethylcyclohexyl)pentan-3-ol; 1-(2,2,6-Trimethylcyclohexyl)hexan-3-ol;

30

der cyclischen und cycloaliphatischen Ether wie z.B. Cineol; Cedrylmethylether; Cyclododecylmethylether; (Ethoxymethoxy)cyclododecan; alpha-Cedrenepoxid; 3a,6,6,9a-Tetramethyldodecahydronaphtho[2,1-b]furan; 3a-Ethyl-6,6,9a-trimethyl-
5 dodecahydronaphtho[2,1-b]furan; 1,5,9-Trimethyl-13-oxabicyclo[10.1.0]trideca-4,8-dien; Rosenoxid; 2-(2,4-Dimethyl-3-cyclohexen-1-yl)-5-methyl-5-(1-methylpropyl)-1,3-dioxan;

der cyclischen Ketone wie z.B. 4-tert.-Butylcyclohexanon; 2,2,5-Trimethyl-5-pentylcyclopentanon; 2-Heptylcyclopentanon; 2-Pentylcyclopentanon; 2-Hydroxy-3-methyl-2-cyclopenten-1-on; 3-Methyl-cis-2-penten-1-yl-2-cyclopenten-1-on; 3-Methyl-2-pentyl-2-cyclopenten-1-on; 3-Methyl-4-cyclopentadecenon; 3-Methyl-5-cyclopentadecenon; 3-Methylcyclopentadecanon; 4-(1-Ethoxyvinyl)-3,3,5,5-tetramethylcyclohexanon; 4-tert.-Pentylcyclohexanon; 5-Cyclohexadecen-1-on; 6,7-Di-
15 hydro-1,1,2,3,3-pentamethyl-4(5H)-indanon; 5-Cyclohexadecen-1-on; 8-Cyclohexadecen-1-on; 9-Cycloheptadecen-1-on; Cyclopentadecanon;

der cycloaliphatischen Aldehyde wie z.B. 2,4-Dimethyl-3-cyclohexencarbaldehyd; 2-Methyl-4-(2,2,6-trimethyl-cyclohexen-1-yl)-2-butenal; 4-(4-Hydroxy-4-methylpentyl)-3-cyclohexencarbaldehyd; 4-(4-Methyl-3-penten-1-yl)-3-cyclohexencarbaldehyd;

der cycloaliphatischen Ketone wie z. B. 1-(3,3-Dimethylcyclohexyl)-4-penten-1-on; 1-(5,5-Dimethyl-1-cyclohexen-1-yl)-4-penten-1-on; 2,3,8,8-Tetramethyl-
25 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-2-naphthalenylmethylketon; Methyl-2,6,10-trimethyl-2,5,9-cyclododecatrienylketon; tert.-Butyl-(2,4-dimethyl-3-cyclohexen-1-yl)keton;

der Ester cyclischer Alkohole wie z.B. 2-tert-Butylcyclohexylacetat; 4-tert Butylcyclohexylacetat; 2-tert-Pentylcyclohexylacetat; 4-tert-Pentylcyclohexylacetat; Decahydro-2-naphthylacetat; 3-Pentyltetrahydro-2H-pyran-4-ylacetat; Decahydro-
30 2,5,5,8a-tetramethyl-2-naphthylacetat; 4,7-Methano-3a,4,5,6,7,7a-hexahydro-5, bzw.

6-indenylacetat; 4,7-Methano-3a,4,5,6,7,7a-hexahydro-5, bzw. 6-indenylpropionat; 4,7-Methano-3a,4,5,6,7,7a-hexahydro-5, bzw. 6-indenylisobutyrat; 4,7-Methano-octahydro-5, bzw. 6-indenylacetat;

5 der Ester cycloaliphatischer Carbonsäuren wie z. B. Allyl-3-cyclohexylpropionat; Allylcyclohexyloxyacetat; Methyl-dihydrojasmonat; Methyljasmonat; Methyl-2-hexyl-3-oxocyclopentancarboxylat; Ethyl-2-ethyl-6,6-dimethyl-2-cyclohexencarboxylat; Ethyl-2,3,6,6-tetramethyl-2-cyclohexencarboxylat; Ethyl-2-methyl-1,3-dioxolan-2-acetat;

10

der aromatischen Kohlenwasserstoffe wie z. B. Styrol und Diphenylmethan;

der araliphatischen Alkohole wie z.B. Benzylalkohol; 1-Phenylethylalkohol; 2-Phenylethylalkohol; 3-Phenylpropanol; 2-Phenylpropanol; 2-Phenoxyethanol; 15 2,2-Dimethyl-3-phenylpropanol; 2,2-Dimethyl-3-(3-methylphenyl)propanol; 1,1-Dimethyl-2-phenylethylalkohol; 1,1-Dimethyl-3-phenylpropanol; 1-Ethyl-1-methyl-3-phenylpropanol; 2-Methyl-5-phenylpentanol; 3-Methyl-5-phenylpentanol; 3-Phenyl-2-propen-1-ol; 4-Methoxybenzylalkohol; 1-(4-Isopropylphenyl)ethanol;

20 der Ester von araliphatischen Alkoholen und aliphatischen Carbonsäuren wie z.B.; Benzylacetat; Benzylpropionat; Benzylisobutyrat; Benzylisovalerianat; 2-Phenylethylacetat; 2-Phenylethylpropionat; 2-Phenylethylisobutyrat; 2-Phenylethylisovalerianat; 1-Phenylethylacetat; alpha-Trichlormethylbenzylacetat; alpha,alpha-Dimethylphenylethylacetat; alpha,alpha-Dimethylphenylethylbutyrat; Cinnamyl- 25 acetat; 2-Phenoxyethylisobutyrat; 4-Methoxybenzylacetat; der araliphatischen Ether wie z.B. 2-Phenylethylmethylether; 2-Phenylethylisoamylether; 2-Phenylethyl-1-ethoxyethylether; Phenylacetaldehyddimethylacetal; Phenylacetaldehyddiethylacetal; Hydratropaaldehyddimethylacetal; Phenylacetaldehydglycerinacetal; 2,4,6-Tri- 30 methyl-4-phenyl-1,3-dioxane; 4,4a,5,9b-Tetrahydroindeno[1,2-d]-m-dioxin; 4,4a,5,9b-Tetrahydro-2,4-dimethylindeno[1,2-d]-m-dioxin;

der aromatischen und araliphatischen Aldehyde wie z. B. Benzaldehyd; Phenylacetaldehyd; 3-Phenylpropanal; Hydratropaaldehyd; 4-Methylbenzaldehyd; 4-Methylphenylacetaldehyd; 3-(4-Ethylphenyl)-2,2-dimethylpropanal; 2-Methyl-3-(4-isopropylphenyl)propanal; 2-Methyl-3-(4-tert.-butylphenyl)propanal; 3-(4-tert.-Butylphenyl)propanal; Zimtaldehyd; alpha-Butylzimtaldehyd; alpha-Amylzimtaldehyd; alpha-Hexylzimtaldehyd; 3-Methyl-5-phenylpentanal; 4-Methoxybenzaldehyd; 4-Hydroxy-3-methoxybenzaldehyd; 4-Hydroxy-3-ethoxybenzaldehyd; 3,4-Methylenedioxybenzaldehyd; 3,4-Dimethoxybenzaldehyd; 2-Methyl-3-(4-methoxyphenyl)propanal; 2-Methyl-3-(4-methylenedioxyphenyl)propanal;

der aromatischen und araliphatischen Ketone wie z.B. Acetophenon; 4-Methylacetophenon; 4-Methoxyacetophenon; 4-tert.-Butyl-2,6-dimethylacetophenon; 4-Phenyl-2-butanon; 4-(4-Hydroxyphenyl)-2-butanon; 1-(2-Naphthalenyl)ethanon; Benzophenon; 1,1,2,3,3,6-Hexamethyl-5-indanylmethylketon; 6-tert.-Butyl-1,1-dimethyl-4-indanylmethylketon; 1-[2,3-dihydro-1,1,2,6-tetramethyl-3-(1-methylethyl)-1H-5-indenyl]ethanon; 5',6',7',8'-Tetrahydro-3',5',5',6',8',8'-hexamethyl-2-acetonaphthon;

der aromatischen und araliphatischen Carbonsäuren und deren Ester wie z.B. Benzoesäure; Phenylelessigsäure; Methylbenzoat; Ethylbenzoat; Hexylbenzoat; Benzylbenzoat; Methylphenylacetat; Ethylphenylacetat; Geranylphenylacetat; Phenylethylphenylacetat; Methylcinnamat; Ethylcinnamat; Benzylcinnamat; Phenylethylcinnamat; Cinnamylcinnamat; Allylphenoxyacetat; Methylsalicylat; Isoamylsalicylat; Hexylsalicylat; Cyclohexylsalicylat; Cis-3-Hexenylsalicylat; Benzylsalicylat; Phenylethylsalicylat; Methyl-2,4-dihydroxy-3,6-dimethylbenzoat; Ethyl-3-phenylglycidat; Ethyl-3-methyl-3-phenylglycidat;

der stickstoffhaltigen aromatischen Verbindungen wie z.B. 2,4,6-Trinitro-1,3-dimethyl-5-tert.-butylbenzol; 3,5-Dinitro-2,6-dimethyl-4-tert.-butylacetophenon; Zimtsäurenitril; 5-Phenyl-3-methyl-2-pentensäurenitril; 5-Phenyl-3-methylpentensäurenitril; Methylantranilat; Methy-N-methylantranilat; Schiff'sche Basen von Methyl-

anthranilat mit 7-Hydroxy-3,7-dimethyloctanal, 2-Methyl-3-(4-tert.-butylphenyl)propanal oder 2,4-Dimethyl-3-cyclohexencarbaldehyd; 6-Isopropylchinolin; 6-Isobutylchinolin; 6-sec.-Butylchinolin; Indol; Skatol; 2-Methoxy-3-isopropylpyrazin; 2-Isobutyl-3-methoxypyrazin;

5

der Phenole, Phenylether und Phenylester wie z.B. Estragol; Anethol; Eugenol; Eugenylmethylether; Isoeugenol; Isoeugenylmethylether; Thymol; Carvacrol; Diphenylether; beta-Naphthylmethylether; beta-Naphthylethylether; beta-Naphthylisobutylether; 1,4-Dimethoxybenzol; Eugenylacetat; 2-Methoxy-4-methylphenol; 2-Ethoxy-5-(1-propenyl)phenol; p-Kresylphenylacetat;

10

der heterocyclischen Verbindungen wie z.B. 2,5-Dimethyl-4-hydroxy-2H-furan-3-on; 2-Ethyl-4-hydroxy-5-methyl-2H-furan-3-on; 3-Hydroxy-2-methyl-4H-pyran-4-on; 2-Ethyl-3-hydroxy-4H-pyran-4-on;

15

der Lactone wie z.B. 1,4-Octanolid; 3-Methyl-1,4-octanolid; 1,4-Nonanolid; 1,4-Decanolid; 8-Decen-1,4-olid; 1,4-Undecanolid; 1,4-Dodecanolid; 1,5-Decanolid; 1,5-Dodecanolid; 1,15-Pentadecanolid; cis- und trans-11-Pentadecen-1,15-olid; cis- und trans-12-Pentadecen-1,15-olid; 1,16-Hexadecanolid; 9-Hexadecen-1,16-olid; 10-Oxa-1,16-hexadecanolid; 11-Oxa-1,16-hexadecanolid; 12-Oxa-1,16-hexadecanolid; Ethylen-1,12-dodecandioat; Ethylen-1,13-tridecandioat; Cumarin; 2,3-Dihydrocumarin; Octahydrocumarin.

20

Unter „Riechstoff“ werden nicht nur Duft- und Riechstoffe oder natürliche Stoffe wie etwa ätherische Öle verstanden, sondern auch Repellentien, die zum Abhalten von Mücken oder anderen Insekten geeignet sind. Bei Repellentien handelt es sich überwiegend um hochsiedende Flüssigkeiten oder niedrig schmelzende kristalline Stoffe, die bei Raumtemperatur langsam verdampfen und den Stoffklassen der Amide, Alkohole, Ester und Ether angehören. Ein häufig eingesetzter als All-round Repellent bezeichneter Stoff ist das N,N-Dimethyl-3-methyl-benzamid (DEET) (Römp

25

30

Lexikon Chemie -CD ROM-Version 1.5, Stuttgart/New York, Georg Thieme Verlag
1998 / Stichwort: Repellentien).

Emulgatoren für die erfindungsgemäßen Wachsformulierungen sind grenzflächen-
5 aktive Substanzen, z. B. nicht-ionische, anionische oder auch kationische Emulga-
toren, zu verwenden. Beispiele anwendbarer grenzflächenaktiver Substanzen sind in
Stache, Tensid-Taschenbuch, 3. Aufl., München, Carl Hanser, 1990 beschrieben. Das
Abbrennverhalten bei der Anwendung der riechstoffhaltigen Wachsformulierung in
Kerzen wird nicht nachteilig beeinflusst, wenn man einen geeigneten Emulgator ein-
10 setzt.

Geeignete Emulgatoren für die erfindungsgemäßen Wachsformulierungen sind bei-
spielsweise polyethoxylierte Fettsäureester des Glycerins (Fettsäurepolyglykoether-
ester). Als Beispiel sei genannt: Emulgator 1371 B (Bayer AG).

15 Ungeeignete Emulgatoren fördern die Rußbildung, führen zu einem unerwünschten
Verfärben der Wachsschmelze während des Abbrennens sowie zu einer Verlang-
samung des Abbrandes.

20 Es wurde ein Verfahren zur Herstellung von riechstoffhaltigen Wachsformulierun-
gen, die Wachspartikel mit einem Durchmesser von 1 bis 500 µm, einen Riechstoff-
anteil von 1 bis 80 Gew.-% und einen Emulgatorgehalt von 0,1 bis 10 Gew.-%. ent-
halten, das dadurch gekennzeichnet ist, dass das Wachs geschmolzen und mit dem
Riechstoff vermischt wird, die Riechstoff-/Wachsschmelze in eine wässrige Emulga-
25 torlösung dispergiert wird, die Dispersion mit hohem Temperaturgradienten abge-
kühlt wird und die Partikel durch Abtrennung und Trocknung erhalten werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann beispielsweise wie folgt durchgeführt
werden:

In einem, vorzugsweise geschlossenen, Rührkessel wird der Riechstoff zunächst in eine Wachsschmelze eingearbeitet. In das geschmolzene Wachs werden im allgemeinen 1 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 30 bis 60 Gew.-%, Riechstoff gelöst.

5 Das Gemisch, bestehend aus Wachsschmelze und Riechstoff, mit einer Temperatur oberhalb des Schmelzpunktes des Gemisches, wird in ein emulgatorhaltiges Fluid mit etwa gleicher Temperatur, bevorzugt Wasser, gegeben.

10 Die wässrige Lösung enthält im allgemeinen 0,1 bis 10 Gew.-%, bevorzugt 0,5 bis 2 Gew.-%, des Emulgators.

Mittels einer Dispergiervorrichtung, z.B. Rotor-Stator-System, Strahldispergatoren etc., wird eine Emulsion von riechstoffhaltigen Wachsteilchen in der Emulgatorhaltigen wässrigen Lösung erzeugt.

15

Im darauffolgenden Prozeßschritt wird die Emulsion durch Mischen mit kaltem emulgatorhaltigem Fluid schockartig oder alternativ durch einen entsprechend dimensionierten Wärmetauscher mit hohem Temperaturgradienten auf eine Mischtemperatur unterhalb des Schmelzpunktes des Wachs/Riechstoffgemisches, vorzugsweise Raumtemperatur, gebracht. Abkühlzeiten von unter 100 Millisekunden, bevorzugt von 5 bis 20 Millisekunden, lassen sich beispielsweise realisieren, indem der Wärmetauscher mit einem hohen Rezirkulationsstrom betrieben wird, in den die zuvor beschriebene Emulsion eingespeist wird. Einerseits lassen sich durch eine schockartige Abkühlung erstaunlich hohe Riechstoffanteile im Wachs fixieren, ohne
20 eine besondere Affinität zwischen Wachs und Riechstoff voraussetzen zu müssen, andererseits werden dadurch die riechstoffhaltigen Wachsteilchen so fest, dass die nachfolgende Filtration, z. B. mit einem Bandfilter, und Trocknung, z. B. Hordentrockner, Bandrockner, Sprühtrockner etc., zu einem praktisch klumpenfreien, pulverigen Produkt führt.

30

Die riechstoffhaltigen Wachsteilchen haben einen mittleren Durchmesser von 1 bis 500 μm , bevorzugt 10 bis 200 μm . Der Riechstoffanteil reicht bis zu 80 Gew.-%, bevorzugt bei 20 bis 60 Gew.-%.

- 5 Nach Abtrennung und Trocknung erhält man nach dem erfindungsgemäßen Verfahren rieselfähige riechstoffhaltige Wachsformulierungen, die sich durch an sich bekannte Verfahren leicht zu Kerzen verarbeiten lassen.

- 10 Hierbei ist es selbstverständlich mögliche weitere Komponenten, die üblicherweise bei der Kerzenherstellung verwendet werden, zu verarbeiten. Beispielsweise seien hier genannt: Farbpigmente und Metallteilchen.

- 15 Kerzen auf Basis der erfindungsgemäßen Wachsformulierungen geben die Riechstoffe beim Abbrennen langsam ab. Im nicht angezündeten Zustand tritt nur ein geringer Verlust an Riechstoff auf, so dass sie lange einsetzbar sind.

Beispiele:**Beispiel 1**

5 96 g Wasser werden auf 65°C aufgeheizt und mit 1,73 g Emulgator Fettsäurepolyglykoetherester (Emulgator 1371 B, Bayer AG, Leverkusen) vermischt. In einer weiteren Vorlage werden 15 g Riechstoff (Vanille, Haarmann&Reimer GmbH, Holzminden) mit 15 g Stearin (UniChema, Pri Sterene 4900 Flakes) miteinander bei 65°C unter Rühren aufgeschmolzen. Das aufgeschmolzene Stearin mit dem Riech-

10 stoff wird in das mit Emulgator versetzte Wasser eingerührt. Mit einer Kotthoff-Mischsirene, Drehzahl 2 000 1/min, wird eine Emulsion hergestellt, wobei die Temperatur bei 65°C gehalten wird. In einer weiteren Vorlage werden 96 g Wasser mit einer Temperatur von 5°C mit 0,19 g Emulgator Fettsäurepolyglykoetherester versetzt und mit der Emulsion schockartig vermischt. Es stellt sich eine Misch-

15 temperatur von 31°C ein. Die Teilchengröße liegt zwischen 20 und 80 µm; einzelne Teilchen agglomerieren, so daß Teilchen mit einem Durchmesser von bis zu 200 µm auftreten können. Die abgekühlte Emulsion wird mittels eines Faltenfilters aufkonzentriert und an Luft getrocknet. Es entstehen runde Teilchen mit einem Durchmesser von 15 bis 60 µm, vereinzelt Agglomerate bis 160 µm; das Pulver ist sehr gut

20 fließfähig. Der Restwassergehalt, mit Karl-Fischer-Titration bestimmt ist <2 Gew.-%, der gaschromatografisch bestimmte Riechstoffanteil liegt bei ca. 37 Gew.-%.

Beispiel 2

25 240 g Wasser werden auf 60°C aufgeheizt und mit 4,33 g Emulgator Fettsäurepolyglykoetherester (Emulgator 1371 B, Bayer AG, Leverkusen) vermischt. In einer weiteren Vorlage werden 37,5 g Riechstoff (Lavendel, Haarmann&Reimer GmbH, Holzminden) mit 37,5 g Stearin (UniChema, Pri Sterene 4900 Flakes) miteinander

30 bei 63°C unter Rühren aufgeschmolzen. Das aufgeschmolzene Stearin mit dem Riechstoff wird in das mit Emulgator versetzte Wasser eingerührt. Mit einer

Kotthoff-Mischsirene, Drehzahl 3000 1/min, wird eine Emulsion hergestellt, wobei die Temperatur bei 65°C gehalten wird. In einer weiteren Vorlage werden 240 g Wasser mit einer Temperatur von 5°C mit 0,47 g Emulgator Fettsäurepolyglykoletherester versetzt und mit der Emulsion schockartig vermischt. Es stellt sich
5 eine Mischtemperatur von 32°C ein. Die Teilchengröße liegt zwischen 20 und 60 µm. Die abgekühlte Emulsion wird mittels eines Siebes (Maschenweite 0,5 mm) entwässert und an der Luft getrocknet. Es entstehen runde Teilchen mit einem Durchmesser von 60 bis 160 µm; das Pulver ist sehr gut fließfähig. Der Restwassergehalt, mit Karl-Fischer-Titration bestimmt, ist <1 Gew.-%, der gaschromatografisch be-
10 stimmte Riechstoffanteil liegt bei ca. 38 Gew.-%.

Beispiel 3

160 g Wasser werden auf 59°C aufgeheizt und mit 2,9 g Emulgatormischung Tween
15 80/Arlacel 80 HLB 11,5 vermischt. In einer weiteren Vorlage werden 25 g Riechstoff (Vanille, Haarmann & Reimer GmbH, Holzminden) mit 25 g Stearin (UniChema, Pri Sterene 4900 Flakes) miteinander bei 58°C unter Rühren aufgeschmolzen. Das aufgeschmolzene Stearin mit dem Riechstoff wird in das mit Emulgator versetzte Wasser eingerührt. Mit einer Kotthoff-Mischsirene, Drehzahl 2000 1/min, wird eine
20 Emulsion hergestellt, wobei die Temperatur bei 59°C gehalten wird. In einer weiteren Vorlage werden 160 g Wasser mit einer Temperatur von 5°C mit 0,31 g Emulgator Mischung Tween 80/Arlacel 80 HLB 11,5 versetzt und mit der Emulsion schockartig vermischt. Es stellt sich eine Mischtemperatur von 32°C ein. Die Teilchengröße liegt zwischen 40 und 200 µm. Die abgekühlte Emulsion wird mittels
25 eines Siebes (Maschenweite 0,5 mm) entwässert und an der Luft getrocknet. Es entstehen runde Teilchen mit einem Durchmesser von 80 bis 200 µm; das Pulver ist sehr gut fließfähig. Der Restwassergehalt, mit Karl-Fischer-Titration bestimmt, ist <1 Gew.-%.

Beispiel 4

160 g Wasser werden auf 79°C aufgeheizt und mit 2,9 g Emulgator Fettsäurepolyglykoetherester (Emulgator 1371 B, Bayer AG, Leverkusen) vermischt. In einer weiteren Vorlage werden 25 g Riechstoff (Apfel, Haarmann & Reimer GmbH, Holzminden) mit 35 g Paraffin (Schmelzpunkt ca. 77°C) miteinander bei 58°C unter Rühren aufgeschmolzen. Das aufgeschmolzene Paraffin mit dem Riechstoff wird in das mit Emulgator versetzte Wasser eingerührt. Mit einer Kotthoff-Mischsirene, Drehzahl 3000 1/min, wird eine stabile Emulsion hergestellt, wobei die Temperatur bei 58°C gehalten wird. In einer weiteren Vorlage werden 160 g Wasser mit einer Temperatur von 1°C mit 0,31 g Emulgator Fettsäurepolyglykoetherester versetzt und mit der Emulsion schockartig vermischt. Es stellt sich eine Mischtemperatur von 36°C ein. Die Teilchengröße liegt zwischen 40 und 120 µm. Die abgekühlte Emulsion wird mittels eines Faltenfilters entwässert und an der Luft getrocknet. Es entstehen runde Teilchen mit einem Durchmesser von 10 bis 30 µm; das Pulver ist sehr gut fließfähig. Der Restwassergehalt, mit Karl-Fischer-Titration bestimmt, ist <1 Gew.-%, der gaschromatografisch bestimmte Riechstoffanteil liegt bei ca. 39 Gew.-%.

Beispiel 5

In einem doppelmantelbeheizten Rührkessel werden 4000 g Riechstoff (Vanille, Haarmann & Reimer GmbH, Holzminden) mit 4000 g Stearin (UniChema, Pri Sterene 4900 Flakes) miteinander bei ca. 75°C unter Rühren aufgeschmolzen. In einem weiteren Rührkessel mit integriertem Rotor-Stator-System (Cavitron, 50 l, Typ Cavimix 1032) wird 500 g Emulgator Fettsäurepolyglykoetherester (Emulgator 1371 B, Bayer AG, Leverkusen) in 30500 g Wasser bei einer Temperatur von 60°C gelöst. Um die Temperatur im ganzen Kessel homogen zu halten, wird mittels einer Zahnradpumpe, Typ Witte VAH 4,7 M, der Behälterinhalt im Kreislauf gefördert. Das aufgeschmolzene Stearin mit dem Riechstoff Vanille wird in das emulgatorhaltige Wasser emulgiert. Der Behälterinhalt wird weiterhin im Kreislauf gehalten.

Der Kreislauf über den Emulgierkessel ist unter Verwendung eines Absperrorgans mit einem weiteren Kreislauf verbunden. In diesem zweiten Kreislauf wird bei Versuchsbeginn emulgatorhaltiges Wasser mit Hilfe einer Zahnrادpumpe, Typ Witte VA 4,7 AD, mit dem ca. 5fachen Volumenstrom bezogen auf den Kreislauf über den Emulgierkessel aufrecht erhalten. Durch einen Wärmetauscher, Typ KSM AP2.176, wird dieser Kreislauf mit Betriebswasser (Temperatur ca. 13°C) schockartig gekühlt. Nach dem Öffnen des Absperrorgans zwischen den beiden Kreisläufen stellt sich eine Mischtemperatur zwischen 28 und 32°C ein; die Mischstelle befindet sich saugseitig der Zahnrادpumpe, so daß eine schnelle Abkühlung der riechstoffhaltigen Wachsemulsion gewährleistet ist. Die Temperatur im Kreislauf über den Emulgierkessel beträgt ca. 60°C. Die abgekühlte Emulsion wird in einem weiteren Behälter aufgefangen. Das Wasser wird danach mittels einer Nutsche entfernt, so daß der Wasseranteil der riechstoffhaltigen Wachsformulierung ca. 45 Gew.-% beträgt. Die wäßrige, riechstoffhaltige Partikel enthaltende Suspension wird mittels eines Sprühtrockners (Durchmesser 0,8 m, Höhe 1,5 m, Zulufttemperatur 48°C, Ablufttemperatur ca. 28°C, Zerstäubung mittels Zweistoffdüse, Abscheidung mittels Zyklon) getrocknet. Der Restwassergehalt, mit Karl-Fischer-Titration bestimmt, beträgt <1 Gew.-%. Der gaschromatografisch bestimmte Riechstoffanteil liegt bei ca. 36 Gew.-%. Es entstehen runde Teilchen mit einem Durchmesser von 40 bis 140 µm; das Pulver ist sehr gut fließfähig.

Anwendungsbeispiel 1 (Pulverpreßverfahren)

Nach dem Pulverpressverfahren werden wie folgt Kerzen hergestellt: 92-98 Gew.-% Paraffin oder Paraffin-Wachs-Komposition in Pulverform werden mit 4-8 Gew.-% riechstoffhaltigem Pulver nach Beispiel 5 im Kaltverfahren homogen miteinander vermischt. Das gemischte Material wird anschließend dem Vorratsbehälter an der Presse zugeführt. Von dort werden die Presszylinder mit Material gefüllt. Im Presszylinder wird mittels Kolbendruck die Kerze in Ihre Endform gepreßt. Dieser Vorgang wird bei ca. 18-20°C im Kaltpreßverfahren durchgeführt. Nach Beendigung des

Preßvorgangs werden die Kerzenrohlinge (Pressrohlinge) aus dem Zylinder gestoßen und für die weitere Oberflächenveredelung der Kerzentauchmaschine zugeführt.

Anwendungsbeispiel 2 (Extrudierverfahren)

5

Nach dem Extrudierverfahren mittels eines Kolbenextruders werden wie folgt Kerzen hergestellt: 92-98 Gew.-% Paraffin oder Paraffin-Wachs-Komposition in Pulverform werden mit 4-8 Gew.-% riechstoffhaltigem Pulver nach Beispiel 5 im Kaltverfahren homogen miteinander vermischt. Das gemischte Material wird anschließend dem

10 Vorratsbehälter am Kolbenextruder zugeführt. Von dort wird das Material in einen Großzylinder eingefüllt. Danach wird mittels Kolbendruck das Material nach vorne in den geschlossenen Bereich geführt. Das Material wird durch Druck und Formgebung des Zylinders (Konizität) im vorderen Zylinderbereich durch eine kalibrierte und beheizbare Matrize (Werkzeug) nach außen gepreßt. Durch unterschiedliche

15 Werkzeugdurchmesser können unterschiedliche Kerzendurchmesser erzielt werden. Der austretende Kerzenstrang wird anschließend auf die gewünschte Länge geschnitten. Kerzenkopf und -fuß werden dann auf die gewünschte Form gefräst. Zur weiteren Oberflächenveredelung wird die Kerze der Tauchmaschine zugeführt.

Patentansprüche:

1. Riechstoffhaltige Wachsformulierung, enthaltend Wachspartikel mit einem Durchmesser von 1 bis 500 µm, einen Riechstoffanteil von 1 bis 80 Gew.-%
5 und einen Emulgatorgehalt von 0,1 bis 10 Gew.-%.

2. Riechstoffhaltige Wachsformulierung nach Anspruch 1, enthaltend Wachspartikel mit einem Durchmesser von 10 bis 200 µm, einen Riechstoffanteil von 20 bis 60 Gew.-% und einen Emulgatorgehalt von 0,5
10 bis 2 Gew.-%.

3. Riechstoffhaltige Wachsformulierung nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den Riechstoffen um etherische Öle handelt.

15 4. Riechstoffhaltige Wachsformulierung nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den Riechstoffen um ätherische Öle und Repellents zum Abhalten von Insekten handelt.

20 5. Riechstoffhaltige Wachsformulierung nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den Wachsen um natürliche Wachse handelt.

6. Riechstoffhaltige Wachsformulierung nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den Wachsen um chemisch modifizierte Wachse handelt.
25

7. Riechstoffhaltige Wachsformulierung nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den Wachsen um synthetische Wachse handelt.

8. Riechstoffhaltige Wachsformulierung nach den Ansprüchen 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den Emulgatoren um polyethoxylierte Fettsäureester des Glycerins handelt.
- 5 9. Verfahren zu Herstellung von riechstoffhaltige Wachsformulierung, enthaltend Wachspartikel mit einem Durchmesser von 1 bis 500 µm, einen Riechstoffanteil von 1 bis 60 Gew.-% und einen Emulgatorgehalt von 0,1 bis 10 Gew.-% dadurch gekennzeichnet, dass das Wachs geschmolzen und mit dem Riechstoff vermischt wird, die Riechstoff-/Wachsschmelze in eine wässrige Emulatorlösung dispergiert wird, die Dispersion mit hohem Temperaturgradienten abgekühlt wird und die Partikel durch Abtrennung und Trocknung erhalten werden.
- 10 10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass das geschmolzene Wachs 20 bis 60 Gew. -% Riechstoff enthält.
- 15 11. Verfahren nach den Ansprüchen 9 und 10, dadurch gekennzeichnet, dass das Riechstoff-/Wachsgemisch einen höheren Schmelzpunkt als das reine Wachs hat.
- 20 12. Verfahren nach den Ansprüchen 9 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass die wässrige Emulatorlösung 0,5 bis 2 Gew.% des Emulgators enthält.
- 25 13. Verfahren nach den Ansprüchen 9 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Abkühlung mit einem Temperaturgradienten von kleiner als 100 msec erfolgt.
- 30 14. Verwendung von riechstoffhaltigen Wachsformulierungen, enthaltend Wachspartikel mit einem Durchmesser von 1 bis 500 µm, einen Riechstoffanteil von 1 bis 80 Gew.-% und einen Emulgatorgehalt von 0,1 bis 10 Gew.-% zur Herstellung von Kerzen.

15. Kerzen, enthaltend riechstoffhaltige Wachsformulierung, enthaltend Wachs-
partikel mit einem Durchmesser von 1 bis 500 μm , einen Riechstoffanteil von
1 bis 80 Gew.-% und einen Emulgatorgehalt von 0,1 bis 10 Gew.-%.
- 5 16. Kerzen nach Anspruch 15, enthaltend 0,5 bis 20 Gew.-% der riechstoff-
haltigen Wachsformulierung.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 00/11097

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C08L91/00 C11C5/00 A61K7/46 A01N25/18 C08J3/22

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C08L C11C A61K A01N C08J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DE 197 07 909 A (SCHUEMANN SASOL GMBH & CO KG) 8 January 1998 (1998-01-08) column 1, line 57-66 column 2, line 1-12, 49, 50 column 3, line 14-17 claims 1, 3	1-7, 14, 15
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1996, no. 11, 29 November 1996 (1996-11-29) & JP 08 183897 A (KOUKANDOU:KK), 16 July 1996 (1996-07-16) & 1996-379368 abstract	1-7, 14-16
A	WO 97 09072 A (MINNESOTA MINING & MFG) 13 March 1997 (1997-03-13) claims 1-8, 16	1-16
-/-		

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *Z* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

21 February 2001

Date of mailing of the international search report

28/02/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Natus, G

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int. Application No

PCT/EP 00/11097

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 95 28912 A (SUNSMART INC ; SUBMICRO ENCAPSULATION TECHNOL (US)) 2 November 1995 (1995-11-02) claims 1,18 -----	9-13
A	US 3 041 180 A (H. SWISHER) 26 June 1962 (1962-06-26) column 2, line 55-60 claim 1 -----	1-16

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 00/11097

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 19707909 A	08-01-1998	AU 2960497 A BR 9709825 A CA 2258678 A CZ 9804012 A WO 9748784 A EP 0906381 A PL 329926 A SK 175498 A TR 9802606 T	07-01-1998 10-08-1999 24-12-1997 17-03-1999 24-12-1997 07-04-1999 26-04-1999 12-07-1999 22-02-1999
JP 08183897 A	16-07-1996	NONE	
WO 9709072 A	13-03-1997	EP 0862467 A	09-09-1998
WO 9528912 A	02-11-1995	US 5733531 A AU 2425195 A AU 4470599 A CA 2188166 A EP 0756478 A JP 10504520 T	31-03-1998 16-11-1995 28-10-1999 02-11-1995 05-02-1997 06-05-1998
US 3041180 A	26-06-1962	NONE	

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

In. ationales Aktenzeichen

PCT/EP 00/11097

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 7 C08L91/00 C11C5/00 A61K7/46 A01N25/18 C08J3/22

Nach der internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 C08L C11C A61K A01N C08J

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	DE 197 07 909 A (SCHUEMANN SASOL GMBH & CO KG) 8. Januar 1998 (1998-01-08) Spalte 1, Zeile 57-66 Spalte 2, Zeile 1-12,49,50 Spalte 3, Zeile 14-17 Ansprüche 1,3	1-7,14, 15
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1996, no. 11, 29. November 1996 (1996-11-29) & JP 08 183897 A (KOUKANDOU:KK), 16. Juli 1996 (1996-07-16) & 1996-379368 Zusammenfassung	1-7, 14-16
A	WO 97 09072 A (MINNESOTA MINING & MFG) 13. März 1997 (1997-03-13) Ansprüche 1-8,16	1-16
	--- -/-	

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

G Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

21. Februar 2001

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

28/02/2001

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Natus, G

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inte.ionales Aktenzeichen

PCT/EP 00/11097

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie ²	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	WO 95 28912 A (SUNSMART INC ;SUBMICRO ENCAPSULATION TECHNOL (US)) 2. November 1995 (1995-11-02) Ansprüche 1,18 -----	9-13
A	US 3 041 180 A (H. SWISHER) 26. Juni 1962 (1962-06-26) Spalte 2, Zeile 55-60 Anspruch 1 -----	1-16

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Int. Nukleonales Aktenzeichen

PCT/EP 00/11097

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 19707909 A	08-01-1998	AU 2960497 A BR 9709825 A CA 2258678 A CZ 9804012 A WO 9748784 A EP 0906381 A PL 329926 A SK 175498 A TR 9802606 T	07-01-1998 10-08-1999 24-12-1997 17-03-1999 24-12-1997 07-04-1999 26-04-1999 12-07-1999 22-02-1999
JP 08183897 A	16-07-1996	KEINE	
WO 9709072 A	13-03-1997	EP 0862467 A	09-09-1998
WO 9528912 A	02-11-1995	US 5733531 A AU 2425195 A AU 4470599 A CA 2188166 A EP 0756478 A JP 10504520 T	31-03-1998 16-11-1995 28-10-1999 02-11-1995 05-02-1997 06-05-1998
US 3041180 A	26-06-1962	KEINE	